

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-113487

(43)Date of publication of application : 27.04.1999

(51)Int.Cl.

A23D 7/06  
A23K 1/16  
A61K 9/107  
B01F 17/56  
B01J 13/00  
C08L 5/00  
C08L 89/00  
// C11B 5/00  
C11C 3/00

(21)Application number : 10-040040

(71)Applicant : NISSHIN OIL MILLS LTD:THE

(22)Date of filing : 23.02.1998

(72)Inventor : SAKURADA SATOSHI

(30)Priority

Priority number : 09 40396  
09220536

Priority date : 25.02.1997  
15.08.1997

Priority country : JP  
JP

## (54) OILY COMPOSITION AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an oily composition causing no precipitation of gelatin and/or gum arabic even after preserved for a long period, thus high in storage stability.

SOLUTION: This oily composition water-soluble and/or water-dispersible active substance(s), solid phase containing 50-4,000 pts.wt. of gelatin and/or gum arabic based on 100 pts.wt. of the above active substance(s), and oil phase containing an oily component and an emulsifier; wherein the solid phase is dispersed, in the form of microparticles  $\leq 5 \mu\text{m}$  in average size, in the oil phase, the water content of the solid phase is  $\leq 30 \text{ wt.}\%$ , and the water content of the whole composition is  $\leq 20 \text{ wt.}\%$ .

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-113487

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月27日

(51) Int.Cl. <sup>a</sup>	識別記号	F I
A 2 3 D 7/06		A 2 3 D 7/06
A 2 3 K 1/16	3 0 1	A 2 3 K 1/16 3 0 1 A
A 6 1 K 9/107		A 6 1 K 9/107 B
B 0 1 F 17/56		B 0 1 F 17/56
B 0 1 J 13/00		B 0 1 J 13/00 A

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平10-40040	(71) 出願人	000227009 日清製油株式会社 東京都中央区新川1丁目23番1号
(22) 出願日	平成10年(1998) 2月23日	(72) 発明者	櫻田 敏 神奈川県横須賀市野比3-1-6-403
(31) 優先権主張番号	特願平9-40396	(74) 代理人	弁理士 中村 稔 (外7名)
(32) 優先日	平9(1997) 2月25日		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
(31) 優先権主張番号	特願平9-220538		
(32) 優先日	平9(1997) 8月15日		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 油性組成物及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 長期に保存してもゼラチン及び／又はアラビアガムの沈殿の生じない、保存安定性に優れた油性組成物を提供すること。

【解決手段】 水溶性及び／又は水分散性有効物質と、該水溶性及び／又は水分散性有効物質100重量部に対して50～4000重量部のゼラチン及び／又はアラビアガムとを含有してなる固体相と、油性成分及び乳化剤を含有してなる油相とからなる油性組成物であって、上記固体相が、平均粒子径5 $\mu$ m以下の微粒子状態で油相中に分散しており、上記固体相の水分含有量が30重量%以下であり、且つ全体の水分含有量が20重量%以下であることを特徴とする油性組成物。

(2)

特開平 11-113487

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 水溶性及び／又は水分散性有効物質と、該水溶性及び／又は水分散性有効物質 100 重量部に対して 50～4000 重量部のゼラチン及び／又はアラビアガムとを含有してなる固体相と、油性成分及び乳化剤を含有してなる油相とからなる油性組成物であって、上記固体相が、平均粒子径 5  $\mu\text{m}$  以下の微粒子状態で油相中に分散しており、上記固体相の水分含有量が 30 重量%以下であり、且つ全体の水分含有量が 20 重量%以下であることを特徴とする油性組成物。

【請求項 2】 上記乳化剤が、HLB が 10 以下の界面活性剤である、請求項 1 記載の油性組成物。

【請求項 3】 上記油相に油溶性有効物質を含有する、請求項 1 又は 2 記載の油性組成物。

【請求項 4】 上記固体相を 0.5～70 重量%含有し、上記油相を 99.5～30 重量%含有する、請求項 1～3 の何れか 1 項に記載の油性組成物。

【請求項 5】 上記水溶性及び／又は水分散性有効物質が、酸味料、抗酸化剤、酵素、菌類、調味料、無機塩類、澱粉、澱粉分解物、ペプチド、アミノ酸、食物繊維、セルロース、栄養強化剤、薬剤、抗生物質、ワクチン、インシュリン、動植物抽出物質からなる群から選択される 1 種又は 2 種以上を組み合わせたものである、請求項 1～4 の何れか 1 項に記載の油性組成物。

【請求項 6】 上記油溶性有効物質が、抗酸化剤、栄養強化剤、薬剤及び動植物抽出物質からなる群から選択される 1 種又は 2 種以上を組み合わせたものである、請求項 1～5 の何れか 1 項に記載の油性組成物。

【請求項 7】 水溶性及び／又は水分散性有効物質、ゼラチン及び／又はアラビアガム並びに水を含有する水相をゼラチン及び／又はアラビアガムの溶解温度以上の温度に加熱し、該水相と、油性成分及び乳化剤を含有する液体状態の油相とを混合して最終的に W/O 型乳化物とし、次いで全体の水分含有量が 20 重量%以下となるように脱水処理することを特徴とする油性組成物の製造方法。

【請求項 8】 上記水相の混合割合が 1～95 重量%で、上記油相の混合割合が 99～5 重量%である、請求項 7 記載の油性組成物の製造方法。

【請求項 9】 上記ゼラチン及び／又はアラビアガムの含有量が上記水相の全重量に対して 0.05～60 重量%であり、上記乳化剤の含有量が上記油相の全重量に対して 0.5～50 重量%である、請求項 7 又は 8 記載の油性組成物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、油性組成物及びその製造方法に関し、更に詳細には保存安定性に優れた油性組成物及びその製造方法に関する。本発明の油性組成物は保存安定性に優れるので、食品、飼料、化粧品、医

薬品、農薬、機械その他各種工業分野において利用することができる。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 油に水溶性及び／又は水分散性有効物質（以下、水性有効物質という）を分散させる場合、乳化剤を溶解させた油に、有効物質を直接添加・混合させる方法がある。しかし、この方法により得られるものは、水性有効物質が直ちに凝集・沈殿してしまい、油相中に水性有効物質が安定に均一分散し難い。一般には、水性有効物質を水相に溶解したものと、油相とを混合乳化して油中水型乳化組成物とする方法が多く用いられている。水相に何らかの物質を含有させた油中水型乳化組成物として、油脂難溶性抗酸化物質及び又はシネルギストを含有する W/O 型エマルジョン（特公平 4-64638 号公報）、水溶性抗酸化物質を乳化した油中水型親油性抗酸化剤（特開昭 63-135483 号公報）、酸性物質及び／又はその塩類を含有する油中水型乳化組成物（特開平 6-34340 号公報）等が提案されている。しかしながら、上記のような油中水型乳化組成物は調製直後には分離していても、水相中に存在する塩類や酸性物質の影響により、保存中に水相の分離やオイルオフを生じるため、種々の用途において十分に満足のいく目的を達成し得るものではなかった。

【0003】 従って、本発明の目的は、長期に保存した場合に、水性有効物質が沈殿しない、保存安定性に優れた、味のマスキング、耐熱性、水溶性成分の溶出コントロールができ、衛生性が高く、また、水性有効物質として抗酸化剤を用いた場合に抗酸化機能がそのまま用いるよりも発揮でき、更に油性抗酸化剤との併用も可能となる等の機能を持った油性組成物及びその製造方法を提供することにある。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、鋭意検討した結果、水性有効物質を特定の微粒子状態で油相中に分散させ、上記固体相中の水分含有量及び全体の水分含有量を特定の量にした油性組成物が上記目的を達成し得ることを知見した。本発明は、上記知見に基づいてなされたもので、水溶性及び／又は水分散性有効物質と、該水溶性及び／又は水分散性有効物質 100 重量部に対して 50～4000 重量部のゼラチン及び／又はアラビアガムとを含有してなる固体相と、油性成分及び乳化剤を含有してなる油相とからなる油性組成物であって、上記固体相が、平均粒子径 5  $\mu\text{m}$  以下の微粒子状態で油相中に分散しており、上記固体相の水分含有量が 30 重量%以下であり、且つ全体の水分含有量が 20 重量%以下であることを特徴とする油性組成物を提供するものである。また、水溶性及び／又は水分散性有効物質、ゼラチン及び／又はアラビアガム並びに水を含有する水相をゼラチン及び／又はアラビアガムの溶解温度以上の温度に

3

加温し、該水相と、油性成分及び乳化剤を含有する液体状態の油相とを混合して最終的にW/O型乳化物とし、次いで全体の水分含有量が20重量%以下となるように脱水処理することを特徴とする油性組成物の製造方法を提供するものである。

## 【0005】

【発明の実施の形態】以下、先ず本発明の油性組成物について詳述する。本発明の油性組成物は、水性有効物質と、ゼラチン及び/又はアラビアガムを含有してなる固体相と、油性成分及び乳化剤を含有してなる油相とからなる。本発明において用いられる水性有効物質としては、例えば、酸味料、抗酸化剤、酵素、菌類、調味料、無機塩類、澱粉、澱粉分解物、ペプチド、アミノ酸、食物繊維、セルロース、栄養強化剤、薬剤、抗生物質、ワクチン、インシュリン及び動植物抽出物質が挙げられ、具体的には、クエン酸及びその塩類、リン酸及びその塩類、メタリン酸及びその塩類、フォスフォリパーゼ、アミラーゼ、デヒドロゲナーゼ、乳酸菌、酪酸菌、食塩、醤油、炭酸ナトリウム、コーン澱粉、デキストリン、乳ペプチド、コーンペプチド、L-トリプトファン、塩化リジン、グルタミン酸ナトリウム、ポリデキストロース、微結晶セルロース、アスコルビン酸及びその塩類、ニコチン酸アミド、リン酸L-アスコルビルマグネシウム、ビタミンB類、ナイアシン、パントテン酸カルシウム、葉酸、ピオチン、塩化カルシウム等のカルシウム塩類、乳性ミネラル、乳酸カルシウム、カゼイン・カルシウム・ペプチド(CCP)、カゼインホスホペプチド(CPP)、カルシウムサイトレートマート(CCM)、牛骨粉、貝殻粉、ヘム鉄、アルブチン、コウジ酸、グリチルリチン酸ジカリウム、マレイン酸クロフェニラミン、リン酸コデイン、アスピリン、インフルエンザワクチン、ギムネマシルベスタ抽出物、ローヤルゼリー、プロポリス、羅漢果抽出物、ハーブエキス、ぶどう抽出物、ブルーベリー抽出物、ローズマリー抽出物、茶抽出物及びこけもも抽出物等が挙げられる。上記水性有効物質は、単独で用いてもよく、又は2種以上を組み合わせ用いてもよい。また、上記水性有効物質の含有量は、油性組成物の固体相の全重量に対して好ましくは0.1~80重量%であり、更に好ましくは1~70重量%である。

【0006】本発明において用いられるゼラチンとは、動物の骨や皮に多く含まれているコラーゲンを抽出・精製し、化学的及び酵素的に分解処理したポリペプチドのことをいい、食品、飼料、化粧品、医薬品、工業等の分野で利用されているものを特に制限なく用いることができる。また、漂白精製等を行った精製ゼラチンも用いることができる。また、本発明において用いられるアラビアガムとしては、食品、飼料、化粧品、医薬品、工業等の分野で一般に利用されているものである。本発明の油性組成物の固体相中には、ゼラチン及びアラビアガムの

(3)

特開平11-113487

4

双方を含有させてもよいし、ゼラチンのみ、又はアラビアガムのみを含有させてもよい。上記ゼラチン及び/又はアラビアガムの固体相中の含有量は、上記水性有効物質100重量部に対して50~4000重量部であり、80~2000重量部であることが好ましい。また、上記固体相中のゼラチン及び/又はアラビアガムの含有量は、好ましくは10~99重量%である。

【0007】本発明の油性組成物の固体相には、必要に応じて、HLBが10を超える親水性界面活性剤を添加することができる。用いられる親水性界面活性剤のHLBは18以下であることが好ましい。HLBが10を超える親水性界面活性剤としては、例えば、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、リゾレシチン、サポニン、糖脂質、蛋白質、蛋白分解物(ゼラチンを除く)、シリコーン系界面活性剤、アルキレンオキサイド付加界面活性剤等が挙げられる。HLBが10を超える親水性界面活性剤を添加する場合、その添加量は、油性組成物の全重量に対して、好ましくは0.01~3重量%である。

【0008】本発明の油性組成物の固体相には、必要に応じて、ゼラチンの軟化剤として一般に用いられている多価アルコールを添加することができる。多価アルコールとしては種々のものを使用できるが、分子内に2個以上、好ましくは2~12個、さらに好ましくは2~6個の水酸基を有する水溶性の多価アルコールを用いるのが好ましい。そのような多価アルコールとしては、例えばグルコース、マルトース、マルチトール、ソルビタン、ソルビトール、ショ糖、フルクトース、キシリトール、イノシトール、エリスリトール、ペンタエリスリトール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、エチレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、トリグリセリン、ポリグリセリン(平均重合度:4~10)還元澱粉糖化物、ブドウ糖果糖液糖及び果糖ブドウ糖液糖等を挙げることができる。上記多価アルコールは、単独で用いてもよく、又は2種以上を組み合わせ用いてもよい。また、本発明の油性組成物の固体相には、必要に応じて、アラビアガム以外の増粘多糖類を添加することもできる。該増粘多糖類としては、例えば、キサンタンガム、グアーガム、ローカストビーンガム、カラギーナン、寒天、ペクチン、アルギン酸ナトリウム、ジェランガム、カルボキシルメチルセルロース及びメチルセルロース等が挙げられる。上記増粘剤は、単独で用いてもよく、又は2種以上を組み合わせ用いてもよい。更に、本発明の油性組成物の固体相には、公知の防腐剤、着色料、香料又はpH調整剤等の添加剤を添加することができる。上記多価アルコール、増粘多糖類又は添加剤を添加する場合、その好ましい添加量は、油性組成物の固体相の全重量に対して、多価アルコールの場合は0.1~40重量%、増粘多糖類の場合は0.01~5重量%である。

(4)

特開平11-113487

5

6

【0009】本発明の油性組成物の固体相は、その水分含有量が30重量%以下であり、好ましくは20重量%以下であり、更に好ましくは15重量%以下である。本発明の油性組成物の固体相の水分含有量を30重量%以下にする方法に特に制限はないが、例えば、減圧乾燥、加熱乾燥、薄膜蒸留乾燥及び凍結乾燥等の方法により実施することができる。本発明の油性組成物の固体相は、平均粒子径5 $\mu$ m以下の微粒子状態で、後述する油相中に分散している。固体相の平均粒子径は、好ましくは3 $\mu$ m以下である。油相中に分散する固体相を平均粒子径5 $\mu$ m以下の微粒子状態にする方法に特に制限はないが、例えば、油相と水相とをゆっくり混合しながらホモミキサーを用いて約30分間混合、乳化させるか、又は、高圧ホモジナイザー、マイクロフルイダイザー等の乳化機を用いて最終的にW/O型乳化物を得、これをオイルポンプ等を用いて減圧脱水することにより得られる。ここで、「最終的にW/O型乳化物を得」とは、乳化段階でO/W型であっても、O/W型及びW/O型の混合物であっても、最終的にW/O型になれば良いという意味である。なお、本発明において、固体相の平均粒子径とは、レーザー回折式粒度分布測定装置(LA-500型、(株)堀場製作所製)を用いて測定した値である。

【0010】本発明の油性組成物の油相について説明すると、該油相は、乳化剤及び油性成分を含有してなるものである。上記乳化剤としては、食品、飼料、化粧品、医薬品及び工業等の分野で利用される公知の乳化剤を特に制限なく用いることができる。本発明において用いられる乳化剤としては、HLBが10以下の界面活性剤を用いるのが好ましい。また、HLBが1以上の界面活性剤を用いるのが好ましい。HLB値が10以下の界面活性剤としては、例えば、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、有機酸モノグリセリド、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ジグリセリド、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、レシチン、シリコーン系界面活性剤及びアルキレンオキサイド付加界面活性剤等が挙げられ、具体的にはソルビタンモノオレート、ソルビタンジステアレート、ポリオキシエチレン(6モル)ソルビタンモノステアレート、グリセリンモノステアレート、グリセリンモノリノレート、クエン酸とグリセリンモノオレートのエステル化物、プロピレングリコールモノステアレート、グリセリンジオレート、グリセリンジリノレート、なたね油とグリセリンのエステル交換により得られたジグリセリド、サフラワーとグリセリンのエステル交換により得られたジグリセリド、ジグリセリンジステアレート、ジグリセリントリステアレート、ヘキサグリセリントリオレート、ヘキサグリセリンペンタステアレート、テトラグリセリン縮合リシノレート、ポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル、ショ糖トリないしペンタステアリ

ン酸エステル、ポリオキシエチレン(5モル)セチルエーテル、ポリオキシエチレン(3モル)ノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン(6モル)ステアリルエーテル、ポリオキシエチレン(5モル)硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレン(15モル)硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレン(20モル)ソルビトールテトラオレート、レシチン(日清製油(株)製、レシチンDX、ベイスL P-20)及びジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシエチレン5モル付加)シロキサン共重合体等が挙げられる。また、本発明においては、HLB値が10以下の界面活性剤にHLBが10以上の乳化剤を併用してもよく、そのような乳化剤としては、例えば、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、リゾレシチン、サポニン、糖脂質、蛋白質、蛋白質分解物(ゼラチンを除く)、シリコーン系界面活性剤、アルキレンオキサイド付加界面活性剤等がある。具体的には、ショ糖ステアリン酸モノエステル、ヘキサグリセリンオレイン酸モノエステル、デカグリセリンステアリン酸モノエステル、酵素分解レシチン(日清製油(株)、ベイスLG-10K、ベイスL P-20E)、キラヤサポニン、大豆蛋白質分解物、カゼインナトリウム、ジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシエチレン60モル付加)シロキサン共重合体、ポリオキシエチレン(25モル)硬化ヒマシ油及びポリオキシエチレン(80モル)硬化ヒマシ油等が挙げられる。本発明ではとりわけポリグリセリン縮合リシノル酸エステル単独、又はこれとポリグリセリン脂肪酸エステルあるいはグリセリンモノ脂肪酸エステルやレシチンとの併用が望ましい。本発明においては、上記乳化剤を単独で用いてもよく、又は2種以上を組み合わせて用いてもよい。

【0011】上記油性成分としては、食品、飼料、化粧品、医薬品及び工業等の分野で利用される公知の油性成分を特に制限なく用いることができる。該油性成分としては、液体状態のものをを用いるが、常温で液体状態のものでよく、また、加温により溶解するものであれば、特に制限なく用いることができる。該油性成分としては、例えば、炭化水素類、エステル類、動植物性油脂類、ワックス類、高級脂肪酸類、高級アルコール類、シリコーン系物質、ステロール類及び樹脂類等、又はこれらを酵素的処理(加水分解、エステル交換等)又は化学的処理(エステル交換、水素添加等)したものを等が挙げられる。製造上及び取り扱いの面から、油性成分としては、常温で液状又は流動性を示すものをを用いるのが好ましい。常温で液状又は流動性を示す油性成分としては、例えば、大豆油、なたね油、コーン油、ごま油、綿実油、サフラワー油、ひまわり油、落花生油、米胚芽油、小麦胚芽油、ツバキ油、パーム油、オリーブ油、ホホバ油、マカデミアナッツ油、アボガド油、ヒマシ油、アマニ油、シソ油、ユーカリ油、月見草油、タートル油、ミンク油、豚脂、牛脂、魚油、流動パラフィン、イソパ

(5)

特開平11-113487

7

8

ラフィン、ワセリン、スクワラン、スクワレン、テレピン油、ミリスチン酸イソプロピルエステル、ミリスチン酸イソパルミチルエステル、ミリスチン酸2-オクチルデシルエステル、2-エチルヘキサン酸セチルエステル、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセリルエステル、トリ-カプリル酸グリセリルエステル、カプリル酸及びカプリン酸の混合脂肪酸のトリグリセリド、ジ-2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコールエステル、リンゴ酸ジイソステアリルエステル、イソノナン酸イソノニルエステル(3, 5, 5-トリメチルヘキシル-3', 5', 5'-トリメチルヘキサノエート)、12-ヒドロキシステアリン酸コレステリルエステル、エメリー社製イソステアリン酸及び/又は高級脂肪酸とジペンタエリスリトールとのモノエステルないしヘキサエステル、パラメキシケイ皮酸及び2-エチルヘキサン酸のグリセリンエステル、パラメキシケイ皮酸イソオクチルエステル、大豆硬化油、なたね硬化油、パーム硬化油、魚硬化油、トリスチアリン酸グリセリルエステル、ロジン、コレステロール、フィトステロール(カンベステロール、スチグマステロール、シトステロール等)、オレングラフィ-油、ラノリン、ミリスチン酸、パルミチン酸、イソパルミチン酸、ステアリン酸、エメリー社製イソステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、リシノール酸、12-ヒドロキシステアリン酸、10-ヒドロキシステアリン酸、ベヘン酸、エルシン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸、ドコサヘキサエン酸、ミリスチルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ラノリンアルコール、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、セレンシンワックス、ミツロウ、ワセリン、ハードファット、カルナウバワックス、キャンデリラワックス、米ぬかワックス、セラック、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン及び動植物由来の精油成分等が挙げられる。これら油性成分は、単独で用いてもよく、又は2種以上を組み合わせて用いてもよい。

【0012】本発明の油性組成物の油相中の上記乳化剤の含有量は、好ましくは0.5~50重量%であり、更に好ましくは1~30重量%である。また、本発明の油性組成物の油相には、公知の防腐剤、着色料又は香料等の添加剤を添加することができる。該添加剤を添加する場合、その添加量は、油性組成物の油相の全重量に対して、好ましくは0.01~3重量%である。本発明の油性組成物においては、油相に油溶性有効物質を含有させてもよい。上記油溶性有効物質としては、例えば、抗酸化剤、栄養強化剤、薬剤及び動植物抽出物質等が挙げられ、具体的には、ミックストコフェロール、 $\alpha$ -トコフェロール、酢酸 $\alpha$ -トコフェロール、 $\beta$ -カロテン、ビタミンA、ビタミンD類、ビタミンK類、必須脂肪酸、 $\gamma$ -オリザノール及びセンブリエキス

等が挙げられる。上記油溶性有効物質は、単独で用いてもよく、または2種以上を組み合わせ用いてもよい。上記油溶性有効物質を油相に含有させる場合、その含有量は、油相の全重量に対して、好ましくは0.1~99重量%であり、更に好ましくは0.2~40重量%である。本発明の油性組成物は、上記固体相を0.5~70重量%、上記油相を99.5~30重量%含有することが好ましい。

【0013】本発明の油性組成物は、その全体の水分含有量が20重量%以下であり、好ましくは10重量%以下であり、更に好ましくは5重量%以下であり、最も好ましくは3重量%以下である。本発明の油性組成物の全体の水分含有量を20重量%以下にする方法に特に制限はないが、例えば、減圧乾燥、加熱乾燥、薄膜蒸留乾燥及び凍結乾燥等の方法により実施することができる。本発明の油性組成物の製造方法に特に制限はないが、例えば、後述する方法によって製造することができる。本発明の油性組成物は、そのままの状態を用いたり、油性成分やエタノール及びキシレン等の有機溶剤で希釈した組成物の状態で、麺、育児粉乳、乳製品、冷凍食品、魚肉ソーセージ、水産練り製品、食用油、ドレッシング、マーガリン、ショートニング、健康食品、治療食等の食品、スナック、チョコレート、キャラメル、ガム、キャンディ及びグミ等の菓子類、口紅及び化粧用クリーム等の化粧品、肥料及び潤滑油等の工業製品、飼料、飲料、栄養ドリンク剤、粉末薬、錠剤薬及び軟膏等に用いることができる。上記油性組成物を有機溶剤で希釈する場合、油性組成物1に対して、希釈倍率は0.01~10000倍であることが好ましく、0.1~10000倍であることが更に好ましい。希釈する油性成分が常温で固体の硬化油やワックスである場合には、本発明の油性組成物が液状であっても、固体状、顆粒状又は粉末状とすることができる。また、本発明の油性組成物の油性成分に、予め固形脂や硬化油、ワックス等を含有させることによっても、固体状、顆粒状又は粉末状とすることができる。また、本発明の油性組成物は、水をほとんど含有していないため、公知のカプセル(ゼラチンカプセルや寒天カプセル等)へ本発明の油性組成物を封入した形態での利用も可能である。また、従来は、水性有効物質と油性有効物質とは、別々に食品、飼料、化粧品、工業製品及び医薬品等へ添加されていたが、本発明の油性組成物においては、水性有効物質と油性有効物質とを両方含ませることができる。また、本発明の油性組成物を油や油脂等に添加することにより、水性有効物質が油性物質中に均一に分散されたものを得ることができる。また、本発明の油性組成物は、油相中に水溶液やゲルが分散した油中水型乳化物とは異なり、保存時の離水や水性有効物質の分離等を生じない。また、水性物質が水や外気と接触しないため、水性有効物質の劣化、分解及び腐敗等を防止することができる。また、すっぱい、苦い又は渋

(6)

特開平11-113487

9

10

い等の味を感じる水性有効物質を本発明の油性組成物中に含有させたものを食した場合、その味をほとんど感じないので、食品や医薬品等へ添加することにより、水性有効物質の味をマスキングすることができる。更に、本発明の油性組成物に含まれる水性有効物質の徐放効果もある。例えば、本発明の油性組成物を肥料に含有させた場合、遅効性の肥料として用いることができ、ガムに含有させた場合、口の中で味が長期にわたって持続するという効果を発揮することができる。

【0014】次に、本発明の油性組成物の製造方法について説明する。本発明の油性組成物の製造方法は、水溶性及び/又は水分分散性有効物質、ゼラチン及び/又はアラビアガム並びに水を含有する水相をゼラチン及び/又はアラビアガムの溶解温度以上の温度に加熱し、該水相と、油性成分及び乳化剤を含有する液体状態の油相とを混合して最終的にW/O型乳化物とし、次いで全体の水分含有量が20重量%以下となるように脱水処理することからなる。上記水性有効物質、ゼラチン、アラビアガム、油性成分及び乳化剤としては、本発明の油性組成物に含有されるものと同様のものが用いられる。また、上記水としては、特に制限はなく、精製水、蒸留水及び水道水等を用いることができる。また、上記水にアルコールを加えることもできる。該アルコールとしては、例えばエタノール及びメタノール等の一価のアルコールが挙げられる。この場合のアルコールの使用量は、水100重量部に対し、1〜300重量部程度が好ましい。本発明の油性組成物の製造方法においては、先ず水性有効物質と、ゼラチン及び/又はアラビアガムを水に混合し水相とする。該水相中のゼラチン及び/又はアラビアガムの混合割合は、水相の全重量に対して0.05〜60重量%であることが好ましく、1〜40重量%であることが更に好ましい。また、上記水相には、本発明の油性組成物の水相に含有させることができる多価アルコールや他の添加剤等を添加してもよい。次いで、上記水相をゼラチン及び/又はアラビアガムの溶解温度以上の温度、好ましくは1〜90℃の温度に加熱して、上記水相を溶融状態とする。

【0015】また、乳化剤及び油性成分を混合して油相とする。該油相中の乳化剤の混合割合は、油相の全重量に対して0.5〜50重量%であることが好ましく、1〜30重量%であることが更に好ましい。また、上記油相には、本発明の油性組成物の油相に含有させることができる油性有効物質及び添加剤等を添加してもよい。次いで、上記油相と、上記水相とを混合して最終的にW/O型乳化物とする。この場合、上記油相を、上記水相の加熱温度以上に加熱することが好ましい。このように、油相を加熱することにより、常温で固体状態の油性成分を添加することが可能となる。また、上記水相及び上記油相の混合割合（上記水相の重量部/上記油相の重量部）は、好ましくは95/5〜1/99であり、更に好まし

くは85/15〜5/95である。上記水相と油相との混合物を最終的にW/O型乳化物とする方法としては、従来公知の方法を特に制限はなく用いることができ、例えば、上記水相と油相との混合物を、プロペラ、ホモミキサー、ホモディスパー、高圧ホモジナイザー又はマイクロフルイダイザー等の乳化機を用いて乳化する方法が挙げられる。

【0016】次いで、上記W/O型乳化物を、全体の水分含有量が20重量%以下、好ましくは10重量%以下、更に好ましくは5重量%以下、最も好ましくは3重量%以下となるように脱水処理し、油性組成物とする。上記W/O型乳化物の全体の水分含有量を20重量%以下とする方法としては特に制限されないが、例えば、減圧乾燥、加熱乾燥、薄膜蒸留乾燥及び凍結乾燥等の方法が挙げられる。また、上記脱水処理は、上記W/O型乳化物を加熱したままの状態で行ってもよく、上記W/O型乳化物を室温まで冷却した後に行ってもよい。

【0017】

【実施例】本発明を、以下の実施例を用いて更に具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。下記実施例において、油性組成物の水分含有量、固体相中の水分含有量及び固体相の平均粒子径は、以下の方法により測定及び算出した値である。

〔油性組成物の水分含有量〕油性組成物約2g及び海砂約20gを量り取り、均一に混合したものを105℃の温度で2時間乾燥し、減少した重量より、水分含有量を求めた。

〔固体相中の水分含有量〕油性組成物中の水分は、全て固体相中に含まれているので、上記〔油性組成物の水分含有量〕の項において求めた水分含有量から、下記計算式により求めた。

固体相中の水分含有量（重量%）＝（油性組成物中の水重量/（油性組成物中の水分含有量＋水を除いた固体相重量））×100

〔固体相の平均粒子径〕油性組成物の固体相の平均粒子径は、レーザー回折式粒度分布測定装置（LA-500型、（株）堀場製作所製）を用いて測定した。

【0018】実施例1

クエン酸6g、ゼラチン（富城化学工業（株）製、ゼラチンAU-S）、10g及び水39gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びヘキサグリセリン縮合リシノレイン酸エステル（理研ビタミン（株）製、ボエム PR-300、HLB:1.7）5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて60℃で、6000rpm、20分間混合乳化し、W/O型乳化物を得た。次いで、該W/O型乳化物をオイルポンプを用いて減圧脱水することにより、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は0.3重量%、固体相中の水分含有量は1.1重量%、

(7)

特開平11-113487

11

油相中に分散している固体微粒子（以下、単に固体微粒子と略記する）の平均粒子径は $0.8\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、下記方法に従って評価を行った。その結果を表1に示す。

【0019】〔油性組成物の保存安定性〕得られた油性組成物を、 $5^{\circ}\text{C}$ 及び $40^{\circ}\text{C}$ の恒温槽に入れ、1ヶ月、3ヶ月及び6ヶ月保存した後の油性組成物の外観を肉眼で観察した。また、油性組成物を室温に、1ヶ月、3ヶ月及び6ヶ月保存した後の油性組成物の外観の肉眼による観察も行った。また、低温での保存安定性についても下記の方法により調べた。即ち、油性組成物を $-30^{\circ}\text{C}$ の急速冷凍庫に24時間静置し、次いで $-20^{\circ}\text{C}$ の冷凍庫に移し6ヶ月保存した後、油性組成物を $25^{\circ}\text{C}$ の温度に昇温させ、その外観を肉眼で観察した。それぞれ、下記評価基準に従って評価を行った。なお、製造直後の肉眼観察についても表1に記載した。

◎：油性組成物に異常が全く認められなかった

○：全体積の5%未満の油相分離が認められた

△：全体積の5%以上の油相分離が認められた

□：離水が認められた

×：沈殿物が認められた

▲：色が濃黄色に変化した

■：カビが発生した

【0020】実施例2

食塩6g、ゼラチン（宮城化学工業（株）製、ゼラチンA-U）、5g、D-ソルビトール液（東和化成工業（株）製、ソルビットL-70、水分含有量：30重量%）5g及び水38gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを水相とし、大豆油40g、ポエムPR-300、4g及びレシチン（日清製油（株）、レシチンDX）2gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを油相とした。以下実施例1と同様に操作を行い、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は7.3重量%、固体相中の水分含有量は2.4.7重量%、油相中に分散している固体微粒子の平均粒子径は $1.3\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

実施例3

L-グルタミン酸ナトリウム1g、ゼラチン（新田ゼラチン（株）製、ゼラチンAP-250）3g、グアガム（三栄源エフ・エフ・アイ（株）製、ピストップB-20）0.1g及び水48.4gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを水相とし、大豆油25g、オレイン酸ジグリセライド18g及びヘキサグリセリン縮合リシノレイン酸エステル（阪本薬品工業（株）製、SYグリスターCR-500、HLB：2）4.5gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて $60^{\circ}\text{C}$ で、6000rpm、20分間混合乳化し、更に高圧ホモジナイザーを用いて $500\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で乳化し、W/O

12

型乳化物を得た。次いで、該W/O型乳化物をオイルポンプを用いて減圧脱水することにより、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は1.6重量%、固体相中の水分含有量は17.0重量%、固体微粒子の平均粒子径は $1.1\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

【0021】実施例4

L-アスコルビン酸ナトリウム1g、ゼラチンAP-250、3g、寒天（伊那食品工業（株）製、伊那寒天S-7）0.1g及び水48.4gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを水相とし、大豆油25g、オレイン酸ジグリセライド18g及びSYグリスターCR-500、4.5gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて $60^{\circ}\text{C}$ で、6000rpm、20分間、混合乳化し、更に高圧ホモジナイザーを用いて $200\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で乳化し、W/O型乳化物を得た。次いで、該W/O型乳化物をオイルポンプで脱水することにより、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は0.3重量%、固体相中の水分含有量は3.6重量%、固体微粒子の平均粒子径は $0.3\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

実施例5

L-アスコルビン酸10g、ゼラチン（新田ゼラチン（株）製、ゼラチンMJ）、17g、酵素分解レシチン（日清製油（株）、ベシスLG-10K）1g及び水39.8gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを水相とし、大豆油25g、 $\beta$ -カロチン0.2g、テトラグリセリントリステアレート（阪本薬品工業（株）製、SYグリスターTS-310、HLB：4）5g及びグリセリン脂肪酸モノエステル（理研ビタミン（株）製、エマルジーMU、HLB：4.2）2gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを油相とした。以下実施例1と同様に操作を行い、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は0.4重量%、固体相中の水分含有量は0.9重量%、固体微粒子の平均粒子径は $0.6\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

【0022】実施例6

L-アスコルビン酸10g、ゼラチンMJ、17g、ベシスLG-10K、1g及び水39.8gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを水相とし、大豆油25g、 $\beta$ -カロチン0.2g、SYグリスターTS-310、5g及びエマルジーMU2gを混合して $60^{\circ}\text{C}$ で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて $60^{\circ}\text{C}$ で、6000rpm、20分間混合乳化し、W/O型乳化物を得た。次い



13

で、該W/O型乳化物をエバポレーターで脱水処理することにより、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は2.6重量%、固体相中の水分含有量は5.4重量%、固体微粒子の平均粒子径は1.2  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 実施例7

アスピリン0.5g、ゼラチンA-U16g、グリセリン5g、テトラオレイン酸ポリオキシエチレン(40モル)ソルビット(花王(株)製、レオドール440、HLB:11.8)0.2g及び水38.3gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、流動パラフィン30g、ミツロウ1g、スクワラン4g、ソルビタンセスキオレート(日清製油(株)製、コスモール82:HLB:5)4g及びポリオキシエチレン(5モル)硬化ヒマシ油(日本エマルジョン(株)製、エマレックスHC-5、HLB:3)1gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて60℃で、6000rpm、20分間混合乳化し、W/O型乳化物を得た。次いで、該W/O型乳化物を凍結乾燥法により脱水することにより、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は11.2重量%、固体相中の水分含有量は26.4重量%、固体微粒子の平均粒子径は2.2  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 【0023】実施例8

ビタミンB<sub>1</sub> 5g、アラビアガム(三栄薬品貿易(株)製、アラビックコールSS)15g、還元澱粉糖化物(東和化成工業(株)製、アマミール、水分含有量:30重量%)5g及び水35gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、精製魚油15g、中鎖脂肪酸トリグリセリド(日清製油(株)製、ODO)15g、ボエムPR-300、4g及びグリセリン脂肪酸モノエステル(理研ビタミン(株)製、エマルジーMS、HLB:4.3)1gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。以下、実施例1と同様に操作を行い、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は0.2重量%、固体相中の水分含有量は0.5重量%、固体微粒子の平均粒子径は0.6  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 実施例9

塩化カルシウム8g、ゼラチンA-U5g、アラビックコールSS5g、アマミール5g及び水40.9gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油33g、牛脂2g、アスコルビン酸ステアレート0.2g、エマルジーMS、0.5g、クエン酸モノグリ(理研ビ

(8)

特開平11-113487

14

タミン(株)製及びボエムK-30、HLB:3)0.3gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。以下、実施例1と同様に操作を行い、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は12.1重量%、固体相中の水分含有量は26.9重量%、固体微粒子の平均粒子径は1.5  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 【0024】実施例10

クエン酸1g、ゼラチンA-U3g及び水51gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びボエムPR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。以下、実施例1と同様に操作を行い、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は0.2重量%、固体相中の水分含有量は2.4重量%、固体微粒子の平均粒子径は0.7  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 実施例11

クエン酸0.5g、ゼラチンA-U0.6g及び水53.9gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びボエムPR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。以下、実施例1と同様に操作を行い、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は0.1重量%、固体相中の水分含有量は4.0重量%、固体微粒子の平均粒子径は0.4  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 実施例12

クエン酸4g、アスコルビン酸4g、ゼラチンAU-S10g及び水40gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油35g及びボエムPR-300、7gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。以下、実施例1と同様に操作を行い、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は8.4重量%、固体相中の水分含有量は23.4重量%、固体微粒子の平均粒子径は1.9  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 【0025】実施例13

L-アスコルビン酸8g、ゼラチンAU10g及び水40gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、ミックスココフェロール(日清製油(株)製、ココフェロール100)37g及びボエムPR-3005gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。以下、実施例1と同様に操作を行い、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は1.5重量%、固体相中の水分含有量は4.8重量%、固体微粒子の平

50

15

均粒子径は1.1  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 実施例14

クエン酸10g、L-アスコルビン酸10g、ローズマリー抽出物（東京田辺製薬（株）製、RM21C）0.3g、茶抽出物（三共（株）製、サンフード粉末（30%））0.2g、ゼラチンAU 20g及び水33.5gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油20g及び及びボエムPR-3006gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて60℃で、6000rpm、20分間混合乳化し、W/O型乳化物を得た。次いで、該W/O型乳化物をオイルポンプを用いて減圧脱水することにより、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は18.7重量%、固体相中の水分含有量は27.4重量%、固体微粒子の平均粒子径は0.9  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 【0026】実施例15

塩化カルシウム6g、カゼイン・カルシウム・ペプチド（太陽化学（株）製、CCP）2g、ゼラチンAU 15g及び水45gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油26g及びボエムPR-3006gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。以下、実施例1と同様に操作を行い、本発明の油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は12.1重量%、固体相中の水分含有量は24.8重量%、固体微粒子の平均粒子径は0.8  $\mu\text{m}$ であった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表1に示す。

#### 【0027】比較例1

大豆油40g及びボエムPR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものに、ゼラチンAU-S10g及びクエン酸6gの混合粉末を添加し、ホモミキサーで攪拌（6000rpm）を行い、油性組成物を得た。このようにして得られた油性組成物には、ゼラチンが溶解せずに凝集物が生じていた。得られた油性組成物の水分含有量は0.1重量%、固体相中の水分含有量は0.4重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

#### 比較例2

クエン酸6g及び水39gを60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びボエムPR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて60℃で、6000rpm、20分間混合乳化し、W/O型乳化物を得た。次いで、該W/O型乳化物をオ

(9)

特開平11-113487

16

イルポンプを用いて減圧脱水し、乳化剤が溶解した油性組成物を得た。脱水の途中に、クエン酸結晶の沈殿が生じた。得られた油性組成物の水分含有量は3.2重量%、固体相中の水分含有量は21.9重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

#### 【0028】比較例3

クエン酸6g、ゼラチンA-U 2g及び水39gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びボエムPR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて60℃で、6000rpm、20分間混合乳化し、W/O型乳化物を得た。該W/O型乳化物を、オイルポンプを用いて減圧脱水し油性組成物を得た。得られた油性組成物の油相中にはクエン酸ナトリウムの沈殿物が生じていた。得られた油性組成物の水分含有量は5.6重量%、固体相中の水分含有量は28.2重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

#### 比較例4

クエン酸1g、カゼインナトリウム3g及び水51gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びボエムPR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて60℃で、6000rpm、20分間混合乳化し、W/O型乳化物を得た。該W/O型乳化物を、オイルポンプを用いて減圧脱水し油性組成物を得た。得られた油性組成物の油相中にはカゼインナトリウム及びクエン酸の沈殿が生じていた。得られた油性組成物の水分含有量は0.1重量%、固体相中の水分含有量は1.2重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

#### 【0029】比較例5

カゼインナトリウム3gを乾燥卵白（キュービー（株）製、乾燥卵白K）3gに代えた以外は比較例4と同様に操作を行い油性組成物を得た。脱水の途中に、油相中にクエン酸及び卵白の沈殿を生じた。得られた油性組成物の水分含有量は2.7重量%、固体相中の水分含有量は25.4重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

#### 比較例6

カゼインナトリウム3gを大豆蛋白分解物（日清製油（株）製、ソルビー2000）3gに代えた以外は比較例4と同様に操作を行い油性組成物を得た。脱水の途中に油相中にクエン酸及び大豆蛋白の沈殿を生じた。得ら

50

(10)

特開平11-113487

17

れた油性組成物の水分含有量は0.2重量%、固体相中の水分含有量は2.4重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 【0030】比較例7

クエン酸0.5g、ビストップB-20、0.6g及び水53.9gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びボエム PR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて60℃で、6000rpm、20分間混合乳化し、W/O型乳化物を得た。得られたW/O型乳化物を、オイルポンプを用いて減圧脱水し油性組成物を得た。得られた油性組成物の油相中にはクエン酸及びグアーガムの沈殿物が生じていた。得られた油性組成物の水分含有量は0.6重量%、固体相中の水分含有量は20.2重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 比較例8

ビストップB-20、0.6gをキサンタンガム（三栄源エフ・エフ・アイ（株）製、サンエース）0.6gに代えた以外は比較例6と同様に操作を行い油性組成物を得た。脱水の途中にキサンタンガムの沈殿を生じた。得られた油性組成物の水分含有量は0.8重量%、固体相中の水分含有量は25.3重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 【0031】比較例9

ビストップB-20、0.6gをローカストビーンガム（三栄源エフ・エフ・アイ（株）製、ビストップd-30）0.6gに代えた以外は比較例6と同様に操作を行い油性組成物を得た。脱水の途中にローカストビーンガムの沈殿を生じた。得られた油性組成物の水分含有量は0.7重量%、固体相中の水分含有量は22.8重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 比較例10

ビストップB-20、0.6gをカラギーナン（三栄源エフ・エフ・アイ（株）製、カラギニンCSI-1）0.6gに代えた以外は比較例6と同様に操作を行い油性組成物を得た。脱水の途中にカラギーナンの沈殿を生じた。得られた油性組成物の水分含有量は0.3重量%、固体相中の水分含有量は11.2重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 【0032】比較例11

ビストップB-20、0.6gを伊那寒天S-7、0.

18

6gに代えた以外は比較例6と同様に操作を行い油性組成物を得た。脱水の途中に寒天の沈殿を生じた。得られた油性組成物の水分含有量は0.6重量%、固体相中の水分含有量は20.2重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 比較例12

ビストップB-20、0.6gをペクチン（三晶（株）製、GENU PECTIN LM-104AS）0.6gに代えた以外は比較例6と同様に操作を行い油性組成物を得た。脱水の途中にペクチンの沈殿を生じた。得られた油性組成物の水分含有量は0.2重量%、固体相中の水分含有量は7.7重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 【0033】比較例13

ビストップB-20、0.6gをアルギン酸（株式会社紀文フードケミファ製、ダックアルギン）0.6gに代えた以外は比較例6と同様に操作を行い油性組成物を得た。脱水の途中にアルギン酸の沈殿を生じた。得られた油性組成物の水分含有量は0.5重量%、固体相中の水分含有量は17.4重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 比較例14

ビストップB-20、0.6gをジェランガム（大日本製薬（株）製、ケルコゲル）0.6gに代えた以外は比較例6と同様に操作を行い油性組成物を得た。脱水の途中にジェランガムの沈殿を生じた。得られた油性組成物の水分含有量は0.8重量%、固体相中の水分含有量は25.3重量%であった。また、凝集したため、粒子径は測定不能であり、調製して1日後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 【0034】比較例15

クエン酸6g及び水39gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びボエム PR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて6000rpmで20分間、60℃で混合乳化し、W/O型乳化物を得た。得られたW/O型乳化物の水分含有量は39.0重量%で、乳化粒子の平均粒径は1.8μmであった。得られたW/O型乳化物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表2に示す。

## 比較例16

クエン酸6g及び水39gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びボエム PR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記水相をゆっくり添加しながらホモミキサーを用いて60℃で、6000rpm、20分間混合

50

(11)

特開平11-113487

19

20

乳化し、更に高圧ホモジナイザーを用いて500kg/cm<sup>2</sup>の圧力で乳化し、W/O型乳化物を得た。得られたW/O型乳化物の水分含有量は39.1重量%で、乳化粒子の平均粒径は0.7μmであった。得られたW/O型乳化物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表2に示す。

## 【0035】比較例17

実施例14と同様に操作を行い、W/O型乳化物を得た。次いで、該W/O型乳化物をオイルポンプを用いて実施例14よりも短い時間減圧脱水することにより、実施例14よりも水分含有量の多い油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は21.8重量%、固体相中の水分含有量は31.4重量%、固体微粒子の平均粒径は1.1μmであった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表2に示す。

## 比較例18

実施例15と同様に操作を行い、W/O型乳化物を得た。次いで、該W/O型乳化物をオイルポンプを用いて実施例15よりも短い時間減圧脱水することにより、実施例15よりも水分含有量の多い油性組成物を得た。得られた油性組成物の水分含有量は19.1重量%、固体相中の水分含有量は36.1重量%、固体微粒子の平均粒径は1.1μmであった。得られた油性組成物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表2に示す。

## \*【0036】比較例19～31

実施例1～13において、脱水処理を行う前のW/O型乳化物を、それぞれ比較例19～31とした。それぞれのW/O型乳化物の水分含有量は、40.1、40.0、48.8、48.6、41.5、41.6、39.8、37.9、42.4、51.1、53.9、40.0及び40.1重量%であり、乳化粒子の平均粒径はそれぞれ、1.2、0.8、0.5、1.2、2.2、2.0、1.6、2.6、2.3、1.1、1.6、2.0及び1.8μmであった。上記W/O型乳化物の保存安定性について、実施例1と同様の評価を行った。評価結果を表2（比較例19～21）、表3（比較例22～26）及び表4（比較例27～31）に示す。

## 比較例32

クエン酸6g、ゼラチンAU-S10g及び水39gを混合して60℃で溶解させたものを水相とし、大豆油40g及びポエムPR-300、5gを混合して60℃で溶解させたものを油相とした。該油相に上記油相をゆっくり添加し、20分間スパチュラで攪拌乳化した。乳化後、オイルポンプを用いて減圧脱水し油性組成物を得た。油性組成物の水分含有量は0.3重量%で、固体微粒子の平均粒径は6.1μmであった。調整して1ヶ月後には、ほとんどの固体が沈殿し、油相部が透明になった。

## 【0037】

## \*【表1】

## 実 施 例

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
調製直後	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
5℃1ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
3ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
6ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
室温1ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
3ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
6ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
40℃1ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
3ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
6ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
冷凍6ヶ月	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

## 【0038】

## ※40※【表2】

## 比 較 例

	17	18	19	20	21
調製直後	○	○	○	○	○
5℃1ヶ月	○□	○□	○□	○□	○□
3ヶ月	○□	○□	○□	○□	○□
6ヶ月	○□	○□	○□	○□	○□
室温1ヶ月	○□	○□	○□	○□	○□
3ヶ月	○□	○□	○□	○□	○□
6ヶ月	○□	○□	△□▲■	△□▲■	△□▲■
40℃1ヶ月	○□	○□	△□▲■	△□▲■	△□▲■

(12)

特開平11-113487

21					
3ヶ月	○□	○□	△□▲■	△□▲■	△□▲■
6ヶ月	○□▲	○□▲	△□▲■	△□▲■	△□▲■
冷凍6ヶ月	○□	○□	△□	△□	△□

【0039】

\* \* 【表3】

比較例

	22	23	24	25	26
調製直後	◎	◎	◎	◎	◎
5℃1ヶ月	○□	○□	○□	○□	○□
3ヶ月	○□	○□▲	○□▲	○□	○□▲
6ヶ月	○□	○□▲	○□▲	○□	○□▲
室温1ヶ月	○□	○□▲	○□▲	○□	○□▲
3ヶ月	○□ ■	○□▲■	○□▲■	○□ ■	○□▲■
6ヶ月	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■
40℃1ヶ月	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■
3ヶ月	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■
6ヶ月	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■
冷凍6ヶ月	△□	△□	△□	△□	△□

【0040】

\* \* 【表4】

比較例

	27	28	29	30	31
調製直後	◎	◎	◎	◎	◎
5℃1ヶ月	○□	○□	○□	○□	○□
3ヶ月	○□	○□	○□	○□	○□
6ヶ月	○□	○□	○□	○□▲	○□▲
室温1ヶ月	○□	○□	○□	○□▲	○□▲
3ヶ月	○□ ■	○□ ■	○□ ■	△□▲■	△□▲■
6ヶ月	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■
40℃1ヶ月	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■
3ヶ月	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■
6ヶ月	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■	△□▲■
冷凍6ヶ月	△□	△□	△□	△□	△□

【0041】上記実施例1～15、及び比較例1～18の油性組成物について、油性組成物中の固体相の含有量（重量%）、水性有効物質100重量部に対するゼラチン及び／又はアラビアガムの量（重量部）、及び固体相中のゼラチン及び／又はアラビアガムの量（重量%）を★

★計算により求めた。その結果を表5（実施例1～15）及び表6（比較例1～18）に示す。

【0042】

【表5】

	固体相含有量 (重量%)	水性有効物質100重量部 に対するゼラチン及び／又は アラビアガムの量(重量部)	固体相中のゼラチン 及び／又はアラビア ガムの量(重量%)
実施例1	26.5	166.7	61.8
2	29.5	83.3	26.0
3	9.4	300.0	60.7
4	8.2	300.0	70.5
5	46.7	170.0	60.2
6	47.9	170.0	57.4
7	42.4	3200.0	54.3
8	37.1	300.0	63.5
9	45.1	125.0	33.9
10	8.3	300.0	73.2
11	2.5	120.0	52.3

		(13)	特開平 11-113487
23			24
12	35.9	125.0	42.5
13	31.1	125.0	52.9
14	68.2	100.0	35.8
15	48.9	187.5	49.1

【0043】

\* \* 【表6】

	固体相含有量 (重量%)	水性有効物質100重量部 に対するゼラチン及び/又は アラビアガムの量(重量部)	固体相中のゼラチン 及び/又はアラビア ガムの量(重量%)
比較例1	26.3	166.7	62.3
2	14.6	0	0
3	19.8	33.3	17.9
4	8.3	—	—
5	10.6	—	—
6	8.3	—	—
7	3.0	—	—
8	3.2	—	—
9	3.1	—	—
10	2.7	—	—
11	3.0	—	—
12	2.6	—	—
13	2.9	—	—
14	3.2	—	—
15	—	—	—
16	—	—	—
17	69.4	100.0	33.9
18	52.9	187.5	41.7

【0044】〔マスキング効果の評価〕実施例1、10及び11、比較例1～3のクエン酸含有油性組成物を20名の健常人が食し、クエン酸の味を感じるか否かにより、マスキング効果の評価を行った。実施例1、10及び11の油性組成物を食した20名は、何れもクエン酸の味を感じなかったが、比較例1～3の油性組成物を食した20名は、何れもクエン酸の味を感じた。

【0045】

【発明の効果】以上、詳述した通り、本発明の油性組成物は、水分含有量が30重量%以下の固体相を、平均粒※

※子径5 $\mu$ m以下の微粒子状態で油相中に分散させ、且つ全体の水分含有量を20重量%以下とすることにより、長期に保存した場合にもゼラチン及び/又はアラビアガムの沈殿しない、保存安定性に優れたものとなる。また、本発明の油性組成物の製造方法によれば、保存安定性に優れた油性組成物を得ることができる。また、本発明の油性組成物は保存安定性に優れるため、保存安定性が要求される食品、飼料、化粧品、医薬品、農薬、機械その他各種工業分野において利用することができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

B 01 J 13/00

B 01 J 13/00

B

C 08 L 5/00

C 08 L 5/00

89/00

89/00

// C 11 B 5/00

C 11 B 5/00

C 11 C 3/00

C 11 C 3/00